

DIALOG(R) File 347:JAPIO
(c) -2001 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

PUB. NO.: 10-297907 [JP 10297907 A]
PUBLISHED: November 10, 1998 (19981110)
INVENTOR(S): OMI TADAHIRO

MINAMI YUKIO
APPLICANT(s): OMI TADAHIRO [000000] (An Individual), JP (Japan)
FUJIKIN KK [485203] (A Japanese Company or Corporation), JP
(Japan)
HITACHI LTD [000510] (A Japanese Company or Corporation), JP
(Japan)
APPL. NO.: 09-109989 [JP 97109989]
FILED: April 28, 1997 (19970428)

ABSTRACT

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the miniaturization and safety of a reactional furnace for generating moisture, further enhance the moisture generating efficiency and reduce the unreacted gas.

SOLUTION: This reactional furnace for generating moisture is composed of a reactional furnace body 1 formed by combining two furnace body members 2 and having a spatial part 1a in the interior thereof, a gas feed passage 2c, bored in one of the furnace body members 2 and used for introducing a raw material gas into the spatial part 1a, a moisture gas outlet passage 5a, bored in the other furnace body member and used for leading out the produced moisture from the spatial part 1a, a reflector 9 on the inlet side, secured in the form opposite to the gas feed passage 2c to the side of the spatial part 1a of the one furnace body member 2 and used for diffusing the raw material gas from the gas feed passage 2c into the spatial part 1a, a filter 10 arranged in the spatial part 1a of the reactional furnace body 1, a reflector 12 on the outlet side, secured in the form opposite to the moisture gas outlet passage 5a to the side of the spatial part 1a of the other furnace body member 2 and holding a gap G from the inner wall surface of the furnace body member 2 and a platinum coating film 13 formed on the inner wall surface of the reactional furnace body 1.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-297907

(43) 公開日 平成10年(1998)11月10日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 0 1 B 5/00

C 0 1 B 5/00

A

B 0 1 J 23/42

B 0 1 J 23/42

M

23/89

23/89

M

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号

特願平9-109989

(22) 出願日

平成9年(1997)4月28日

(71) 出願人 000205041

大見 忠弘

宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2-1-17-301

(71) 出願人 390033857

株式会社フジキン

大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(74) 代理人 弁理士 杉本 丈夫 (外1名)

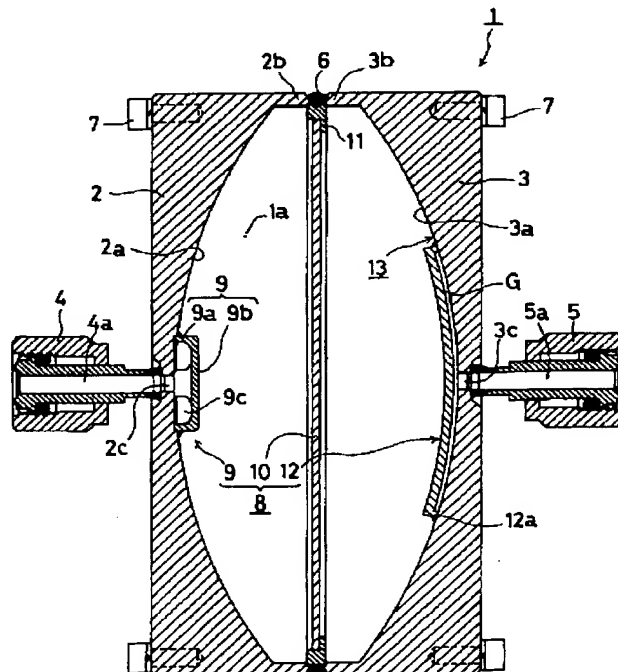
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 水分発生用反応炉

(57) 【要約】

【課題】 水分発生用反応炉の小形化と安全性の向上を図ると共に、水分発生反応率を一層高めて、未反応ガスを減少させる。

【解決手段】 二つの炉本体部材を組合せて形成され、内部に空間部を有する反応炉本体と；一方の炉本体部材に穿設され、空間部へ原料ガスを導入するガス供給通路と；他方の炉本体部材に穿設され、空間部から生成水を導出する水分ガス出口通路と；ガス供給通路と対向状に一方の炉本体部材の空間部側に固着され、ガス供給通路からの原料ガスを空間部内へ拡散させる入口側反射体と；反応炉本体の空間部内に配設したフィルタと；水分ガス出口通路と対向状に他方の炉本体部材の空間部側に固着され、炉本体部材の内壁面と間隙Gを保持して固着した出口側反射体と；反応炉本体の内壁面に設けた白金コーティング皮膜と；から水分発生用反応炉を構成する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 二つの炉本体部材(2)、(3)を組合せて形成され、内部に空間部(1a)を有する反応炉本体(1)と；一方の炉本体部材(2)に穿設され、前記空間部(1a)へ原料ガスを導入するガス供給通路(2c)と；他方の炉本体部材(3)に穿設され、前記空間部(1a)から生成水を導出する水分ガス出口通路(3c)と；前記ガス供給通路(2c)と対向状に炉本体部材(2)の空間部側に固着され、ガス供給通路(2c)からの原料ガスを空間部(1a)内へ拡散させる入口側反射体(9)と；前記反応炉本体(1)の空間部(1a)内に配設したフィルタ(10)と；前記水分ガス出口通路(3c)と対向状に配設され、炉本体部材(3)の空間部側にその内壁面と間隙(G)を保持して固着した出口側反射体(12)と；反応炉本体(1)の内壁面に設けた白金コーティング皮膜(13)と；から構成した水分発生用反応炉。

【請求項2】 入口側反射体(9)を、ガス供給通路(2c)と同軸状に炉本体部材(2)の空間部側に固着した壁面に透孔(9c)を有する筒状のケース体(9a)と、ケース体(9a)の内側端面を閉鎖する反射板(9b)とから成る入口側反射体(9)とした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

【請求項3】 入口側反射体(9)を、ガス供給通路(2c)と対向状に配設され、炉本体部材(2)の空間部側にその内壁面と所望の間隙を保持して固着した板状体から成る入口側反射体(9)とした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

【請求項4】 フィルタ(10)を、 $200\mu\text{m}$ 以下の透孔を有するフィルタ(10)とした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

【請求項5】 出口側反射体(12)と、炉本体部材(3)との間隙(G)を $0.5\sim 2.0\text{mm}$ とした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

【請求項6】 出口側反射体(12)の一側面の表面積を白金コーティング皮膜(13)の表面積の約 $15\sim 25\%$ にした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

【請求項7】 出口側反射体(12)の炉本体部材(3)の白金コーティング皮膜(13)と対向する側の外表面に、白金コーティング皮膜を設けるようにした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

【請求項8】 反応炉本体(1)を、ほぼ同形態の彎曲面状の窪部(2a)を有する炉本体部材(2)と彎曲面状の窪部(3a)を有する炉本体部材(3)とを、又はほぼ同形態の平らな底面の窪部(2a)を有する炉本体部材(2)と平らな底面の窪部(3a)を有する炉本体部材(3)とを対向状に組合せて形成すると共に、両炉本体部材(2)、(3)の中央部にフィルタ(10)を配設する構成とした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、主として半導体製造設備で用いる水分発生用反応炉の改良に関するものである。

【0002】

【従来の技術】例えば、半導体製造に於ける水分酸化法によるシリコンの酸化膜付では、標準状態への換算値で $1000\text{cc}/\text{min}$ (以下 1000sccm と呼ぶ)前後の超高純度水蒸気を必要とする。そのため、本件出願人は先きに図7に示す構造の水分発生用反応炉を開発し、特願平8-242246号として公開している。

【0003】上記図7の反応炉本体21は、ガス供給用継手24及び水分ガス取出用継手25を備えた耐熱性の炉本体部材22、23と、反応炉21の内部に両炉本体部材22、23のガス供給通路24a及び水分ガス出口通路25aと対向状に設けた入口側反射板29a及び出口側反射板29bと、反応炉21の内部中央に設けたフィルタ30と、炉本体部材23の内壁面に設けた白金コーティング皮膜32等とから形成されている。また、前記白金コーティング皮膜32は、炉本体部材23の内壁面に形成したTiN等の窒化物からなるバリヤー皮膜32aの上に、蒸着工法やイオンブレーティング工法等によって白金皮膜32bを固着することにより形成されている。

【0004】而して、ガス供給通路24aを通して反応炉本体21の内部へ供給された水素及び酸素は、入口側反射板29a、フィルタ30及び出口側反射板29bから成る拡散用部材によって拡散され、白金コーティング皮膜32と接触する。白金コーティング皮膜32と接触した酸素及び水素は、白金の触媒作用によって反応性が高められ、所謂ラジカル化された状態となる。ラジカル化された水素と酸素は、水素混合ガスの発火温度よりも低い温度下で瞬時に反応をし、高温燃焼をすることなしに水分を生成する。

【0005】前記図7の反応炉本体21は、水分発生装置の大幅な小型化が図れ、しかもより高い反応性と応答性の下で 1000sccm を越える量の高純度水蒸気や高純度水蒸気と酸素との混合ガスを得ることができ、半導体製造技術の分野に於いて画期的な注目を集めているものである。

【0006】図8は、前記図7の反応炉本体21(外径約 $134\text{mm}\phi$ 、厚さ 70mm 、内容積約 490cc 、水分発生量 1000sccm 、炉温度約 400°C)に於ける水分発生反応率の経時変化を示すものであり、原料ガスが酸素リッチ又は水素リッチなガスであっても、約 $98.5\sim 99.0\%$ の水分発生反応率の下で水を安定して生成することができる。

【0007】しかし、反応炉本体21の温度が約 400°C 以下、水分発生量が 1000sccm 以上の条件下に於いては、前記水分発生反応率を約 99.0% 以上に上

昇させることは困難であり、約1%程度の未反応の酸素や水素が生成した水分中へ混入することになる。その結果、水素や酸素を含まない純水のみ又は水素を含まない純水と酸素のみの混合物を取り出すことができないと云う問題がある。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、前記図7の如き反応炉本体21での水素と酸素の反応率を、反応炉本体の温度上昇を招くことなしにより一層高めると共に、反応炉本体21のより小形化を図ることを課題とするものであり、反応炉本体21の温度を約400℃以下、水分発生量を1000sccm以上の条件下に於いて、99.5%以上の水分発生反応率を安定且つ長期に得ることを可能にした水分発生用反応炉を提供せんとするものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】ところで、図7の反応炉本体21に於いて、水分ガス出口通路25aへ未反応の水素や酸素が混入してくる原因としては、①白金コーティング皮膜32と接触せず、直接に水分ガス出口通路25aへ酸素や水素が到達する場合と、②一坦はラジカル化されたものの、水素又は酸素と反応することなしに水分ガス出口通路25aへ到達し、ここでラジカル化される前の状態に戻る場合の2通りが考えられるが、前者のケースが圧倒的に多いと想定されている。

【0010】本願発明者等の実験結果によれば、図7の反応炉本体21で出口側反射板29bを取り除いた場合には、図9に示すように反応炉の温度が400℃、水分発生量が500sccm、ガス過剰度が0の条件下に於ける水分発生反応率は、約91%となる。この反応率は、水分発生量が異なるため全く同じ条件下のデータではないが、前記図8の場合の水分発生反応率(約98%)に比較して、ほぼ7%ほど低い値となっている。

【0011】このことは、出口側反射板29bが無い場合には、相当量の酸素や水素がラジカル化されずに直接に水分ガス出口通路25aへ到達することを示しており、出口側反射板29bに改良を加えることにより、水分発生反応率の向上が可能であることを示すものである。

【0012】また、前記図9からも明らかなように、出口側反射板29bが無い場合には、原料ガスが水素リッチになるほど水分発生反応率が低下する。例えば、反応炉温度が400℃、500sccmの水分発生量に於いて水素が100%リッチの場合には、水分発生反応率が約86%であるのに対して、酸素が100%リッチの場合には約97%となり、両者の間に約11%ほどの差が生ずる。

【0013】即ち、図7のような構造の反応炉本体21の内部に於いては、酸素の方は比較的拡散され易く、直線的走行性が小さいのに対し、水素の方は比較的拡散され難く、直線的走行性が高いため、水素リッチの原料ガ

スの場合には、水素の直線状の流れに酸素が随伴し、ラジカル化されずに水分ガス出口通路25aへ到達する酸素が増加するものと想定される。

【0014】そこで、本件発明者は図7の反応炉本体21に於いて、出口側反射板29bのガスの拡散性、特に水素に対する拡散性を高めることにより、酸素リッチの原料ガスのみならず水素リッチの原料ガスの場合でも、水分発生反応率を図8の場合の反応率約98~99%よりも高くできることを着想した。また、この着想に基づいて図10に示すような出口側反射・拡散体33を開発すると共に、これを用いて数多くの水分発生試験を実施した。即ち、図10の出口側反射・拡散体33は壁面に透孔33eを有する筒状のケース体33aと、ケース体33aの内側端面を閉鎖する反射板33bと、ケース体33aの内部に設けた拡散フィルタ33cと、拡散フィルタ33cに設けた白金コーティング皮膜33dとから形成されている。そのため、前記白金皮膜33dと非接触のまま透孔33eを通してケース本体32aの内方へ到達した水素や酸素ガスが、そのまま水分ガス出口通路23c内へ素通りすることは無くなり、拡散フィルタ33cの白金コーティング皮膜33dと接触することによりラジカル化され、非ラジカル化状態の水素や酸素が殆んど零になると共にラジカル化された水素と酸素は瞬時に反応をし、水が生成される。

【0015】上記図10の出口側反射・拡散体33を設けた水分発生用反応炉は、図11の曲線Aに示すように、H₂リッチの領域に於いてもほぼ99.7%の水分発生反応率を得ることができ、優れた効用を示すものである。しかし、出口側反射・拡散体33の温度が、拡散フィルタ33cのコーティング皮膜33dによりラジカル化された水素と酸素の反応熱により、図11の曲線Bに示すようにH₂リッチの領域に於いて約600℃温度にまで上昇することになり、所謂水素混合ガスの発火温度に近付くこととなる。このように、上記図10の構成の出口側反射・拡散体33を利用する水分発生反応炉には、水素の爆発燃焼を引き起す可能性が高いと云う危険性があり、水分発生反応炉の大幅な小形化を図る上で様々な問題を生ずることとなる。

【0016】そのため、本願発明者等は前記図7の反応炉本体21に於いて、水分ガス出口通路23c内へ非ラジカル化状態の水素や酸素が流出するのを防止する方策として、白金コーティング皮膜33dを備えた拡散フィルタ33cの使用に代えて、平板状の出口側反射体を使用すると共に、当該出口側反射体の表面積及び発生水分の流出通路を形成する出口側反射体と反応炉本体内壁面との間隙Gを調整する方策を新規に創案した。

【0017】本願発明は、上記新規な創案に基づいて開発されたものであり、請求項1に記載の発明は、炉本体部材2と炉本体部材3とを組合せて形成され、内部に空間部1aを有する反応炉本体1と；炉本体部材2に穿設

10

20

30

40

50

され、前記空間部1aへ原料ガスを導入するガス供給通路2cと；炉本体部材3に穿設され、前記空間部1aから生成水を導出する水分ガス出口通路3cと；前記水分ガス出口通路2cと対向状に炉本体部材2の空間部側に固着され、ガス供給通路2cからの原料ガスを空間部1a内へ拡散させる入口側反射板9と；前記反応炉本体1の空間部1a内に配設したフィルタ10と；前記水分ガス出口通路3cと対向状に配設され、炉本体部材3の空間部側にその内壁面と間隙Gを保持して固着した出口側反射体12と；反応炉本体1の内壁面に設けた白金コーティング皮膜13とを、発明の構成要件とするものである。

【0018】請求項2に記載の発明は、請求項1の発明に於ける入口側反射体9を、ガス供給通路2cと同軸状に炉本体部材2の空間部側に固着した壁面に透孔9cを有する筒状のケース体9aと、ケース体9aの内側端面を閉鎖する反射板9bとから形成する構成としたものである。

【0019】請求項3に記載の発明は、請求項1の発明に於ける入口側反射体9を、ガス供給通路2cと対向状に配設されて炉本体部材2の空間部側にその内壁面と所定の間隙を保持した状態で固定した板状体としたものである。

【0020】請求項4に記載の発明は、請求項1の発明に於けるフィルタ10を、200 μ m以下の透孔を有するフィルタ10としたものである。

【0021】請求項5に記載の発明は、請求項1の発明に於ける出口側反射体12と炉本体部材3の内壁面との間隙Gを、0.5～2.0mmとしたものである。

【0022】請求項6に記載の発明は、請求項1の発明に於いて出口側反射体12の一側面の表面積を白金コーティング皮膜13の表面積の約15～25%としたものである。また、請求項7に記載の発明は、請求項1の発明に於いて出口側反射体12の炉本体部材3の白金コーティング皮膜13と対向する側の外表面に、白金コーティング皮膜を形成するようにしたものである。

【0023】請求項8に記載の発明は、請求項1の発明に於ける反応炉本体1を、ほぼ同形態の彎曲面状の窪部2aを有する炉本体部材2と彎曲面状の窪部3aを有する炉本体部材3とを、又はほぼ同形態の平らな底面の窪部2aを有する炉本体部材2と平らな底面の窪部3aを有する炉本体部材3とを対向状に組合せて形成すると共に、両本体部材2、3の中央部にフィルタ10を配設する構成としたものである。

【0024】

【発明の実施の形態】以下、図面に基づいて本発明の実施態様を説明する。図1は本発明の第1実施形態に係る水分発生用反応炉本体の縦断面図である。また、図2は異なる出口側反射体を用いた反応炉本体の部分縦断面図である。図1に於いて、1は反応炉本体、2、3は炉本

体部材、4はガス供給用継手、5は水分ガス取出用継手、6はフィルタフランジ、7は反応炉取付け用ボルト、8はガス拡散用部材、9は入口側反射体、10はフィルタ、11はフィルタフランジのフィルタ受け片、12は出口側反射体、13は白金コーティング皮膜であり、反応炉1は二個のほぼ同形態に形成されたステンレス鋼製炉本体部材2、3を気密状に溶接することにより、短円筒形に形成されている。

【0025】前記一方の炉本体部材2は、その内部に底面が彎曲面状の窪部2aが設けられており、更に中央部には、ガス供給通路2cが穿設されている。また、外側面にはガス供給用継手4が設けられており、この外側面に設けたガス供給用継手4のガス供給通路4aが窪部2a内へ連通されている。同様に、他方の炉本体部材3は、その内部に底面が彎曲面状の窪部3aが設けられており、更に、中央部には、ガス供給通路3cが穿設されている。また、外側面には水分ガス取出用継手5が設けられており、この外側面に設けた水分ガス取出用継手5の水分ガス出口通路5aが窪部3a内へ連通されている。

【0026】前記両炉本体部材2、3の内側面には、フランジ体2b、3bが夫々形成されており、フィルタフランジ6を介して両フランジ体2b、3bを気密状に溶接固定することにより、内部に空間部1aを有する反応炉本体1が構成されている。尚、図1では両フランジ体2b、3bを溶接により固着する構成としているが、両フランジ体2b、3bをガasket（図示省略）を介してクランプ（図示省略）等により解離自在に組付け固着する構成としてもよい。また、図1では両本体部材2、3をほぼ同一形状のものに形成しているが、一方を有底の筒状体の形態に、他方を筒状体の開口部を閉鎖するフランジ状の形態に形成してもよいことはもちろんである。

【0027】前記ガス拡散用部材8は入口側反射板9とフィルタ10と出口側反射体12等から形成されており、図1に示す如く反応炉本体1の内部に配設されている。即ち、入口側反射板9は短筒状のケース体9aと、ケース体9aの内側端面を閉鎖する反射板9bとから形成されており、ケース体9aの外周壁には透孔9cが形成されている。尚、当該入口側反射板9は炉本体部材2の底面のガス供給通路2cと対向する位置にこれと同軸状に配置され、これに溶接固着されている。

【0028】また、前記フィルタ10は、約200 μ m以下の透孔を有するステンレス鋼製フィルタであり、本実施例では平均2 μ mのメッシュ状の透孔を有するフィルタが使用されている。尚、フィルタ10の外周縁にはステンレス鋼製のフィルタフランジ6が溶接されており、このフィルタフランジ6を介してフィルタ10は炉本体部材2、3へ溶接固定されている。

【0029】前記出口側体12は、図1に示す如く、厚

さ約2mmのステンレス鋼(SUS316L)を用いて円形の部分球殻状(即ち円形の浅皿形)に形成されており、本体部材3の窪部3aの彎曲面と同じ曲率半径の彎曲面に仕上げられている。また、当該出口側反射体12は、炉本体部材3の底面の水分ガス出口通路3cを中心としてこれに対向状に配置され、約1mmの間隙Gを保持した状態でその外周縁の4ヶ所に形成した支持片12aを介して、炉本体部材3の内側面へ溶接固着されている。

【0030】尚、前記図1においては、出口側反射体12を円形の部分球殻状の形態に形成しているが、図2に示す如く、厚手の平板状ステンレス鋼板の一侧外周面部12bを彎曲面状に形成し、炉本体部材3の内側面との間に所定の長さの間隙Gを形成するようにしてもよい。また、図1に於いては、入口側反射体9の長さ寸法を窪部2aの深さ寸法の約1/6としているが、当該長さ寸法を大きくして、フィルタ10の中心部を透過するガスを押えるようにすることも可能である。同様に、出口側反射体12の外形寸法や炉本体部材3との間隙Gは、水分発生量や反応炉本体1の外形寸法等に応じて適宜に設定され、これによってH₂リッチな原料ガスの場合に於いても99.5%を越える水分発生率の達成が可能となる。

【0031】より具体的には、出口側反射体12の外形寸法は、その一側面の表面積が白金コーティング皮膜13の表面積の約15~25%の範囲に選定される。出口側反射体12の外形寸法がこの範囲より小さい場合には原料ガスの拡散が不十分となり、また逆にこの範囲より大きい場合には、原料ガスと白金コーティング皮膜13との接触性等の点に悪影響が出ることになる。また、前記間隙Gの大きさは0.5~2.0mm位が最適であり、間隙Gが0.5mmより小さくなると、発生水分を円滑に導出し難くなると共に反応炉内部空間の内圧が上昇し過ぎる等の問題が生じ、また、逆に間隙Gが2.0mmを越えると、水分発生反応率の向上が困難となり、常時99.5%以上の水分発生反応率を安定して達成し難くなる。

【0032】尚、図1及び図2に於いては、出口側反射体12には白金コーティング皮膜を一切設けていないが、当該出口側反射体12の炉本体部材3と対向する側の外表面に、炉本体部材3側の白金コーティング皮膜13と同様の白金コーティング皮膜を形成するようにしても良い。また、図1に於いては、フィルタ10としてディスク型で且つその全面をガス透過部としたフィルタを使用しているが、これに替えて、ディスク型であって且つその外周面部のみをフィルタ部(ガス透過部)とした構成のフィルタを用いるようにしてもよい。

【0033】前記白金コーティング皮膜13は、SUS316L製の炉本体部材3の内表面の全域に形成されており、先ず炉本体部材3の内表面にTiN製のバリアー

皮膜13aを形成したあと、その上に白金皮膜13bが形成されている。また、バリアー皮膜13aの厚さは0.1μm~5μm程度が最適であり、図1に於いては、約2μmの厚さのTiN製のバリアー皮膜13aがイオンプレーティング工法により形成されている。更に、前記白金皮膜13bの厚さは0.1μm~3μm位が適当であり、図1に於いては約1μmの厚さの白金皮膜13bが真空蒸着法により形成されている。

【0034】尚、バリアー皮膜13aの形成方法としては、前記イオンプレーティング工法以外に、イオンスパッタリング法や真空蒸着法等のPVD法や化学蒸着法(CVD法)、ホットプレス法、溶射法等を用いることも可能である。また、白金皮膜13bの形成方法は、前記真空蒸着法以外に、イオンプレーティング工法やイオンスパッタリング法、化学蒸着法、ホットプレス法等が使用可能であり、更に、バリアー皮膜13aがTiN等の導電性のある物質の時にはメッキ法も使用可能である。

【0035】図3は、本発明の第2実施態様に係る水分発生用反応炉の縦断面図を示すものであり、両炉本体部材2、3の窪部2a、3aの底面を平面状に形成すると共に、入口側反射体9と出口側反射体12として後述するようなステンレス鋼(SUS316L)製の円形の平板を使用し、反応炉本体1の厚み寸法をより小さくするようにしたものである。尚、図3の水分発生用反応炉に於けるフィルタ10及び白金コーティング皮膜13等の構成は、前記図1の水分発生用反応炉の場合と同様であるため、ここではその説明を省略する。

【0036】図4は、第2実施態様に係る水分発生用反応炉で使用する入口側及び出口側反射体9、12の平面図であり、図5はその側面図である。当該入口側及び出口側反射体9、12は厚さ約3mm、外形約50mmφのステンレス鋼板(SUS316L)を用いて形成されており、その外周縁には高さ約1mmの支持片9d、12aが、90°の角度ピッチで4個夫々形成されている。また、前記入口側反射体9及び出口側反射体12は、夫々炉本体部材2、3の空間部側中央にその内壁面と対向状に配設され、各支持片9d、12aの先端部を炉本体部材2、3の内壁面へスポット溶接することにより、内壁面との間に約1mmの間隙Gを保持した状態で固定されている。

【0037】次に、本発明に係る水分発生用反応炉の作動について説明する。図1を参照して、ガス供給用継手4のガス供給通路4aを通して入口側反射体9のケース体9a内へ噴射されたガスは反射板9bへ衝突したあと、外周壁に設けた透孔9cを通して噴射され、窪部2a内で拡散されることによりフィルタ10のほぼ全面を均等に通過し、炉本体部材3の窪部3a内へ入る。前記窪部3a内へ噴射された水素と酸素の混合ガスは、白金コーティング皮膜13の全面に亘って均等に衝突接触

10

20

30

40

50

し、これにより所謂触媒活性化されると共に、活性化された水素と酸素は主として窪部3a内で瞬時に反応し、水を生成する。そして、主として窪部3aで形成された水分ガスは、出口側反射体12と炉本体部材3の内壁面との間隙Gを通して水分ガス出口通路3cへ導出されて行く。

【0038】ところで、フィルタ10を透過して窪部3a内へ入った水素及び酸素ガスの大部分は、白金皮膜13bと衝突・接触することによりラジカル化され、ラジカル化された水素と酸素は、そのほぼ全量が瞬時に反応して水に変換される。また、窪部3a内へ入った水素及び酸素ガスの一部はそのまま直進するかも知れないが、これ等の直進した水素及び酸素ガスは反射体12へ衝突して再拡散され、これにより、白金皮膜13bと非接触のままで間隙G内へ到達する水素及び酸素は大幅に減少する。

【0039】更に、前記間隙Gを形成する炉本体部材3の内壁面には白金皮膜13bが形成されているため、白金皮膜13bと非接触の水素又は酸素が間隙G内へ到達したとしても、これ等の水素又は酸素は間隙G内で活性化されることになり、水分ガス出口通路3c内へラジカル化されていない水素又は酸素が放出される確率は、大幅に減少する。また、前記間隙Gの幅寸法(約0.5~1.5mm)及び間隙Gの通路長さ(即ち、出口側反射体12の外形寸法)が適宜に選定されているため、ラジカル化された状態の水素と酸素が未反応のままで水分ガス出口通路3c内へ素通りする確率がより小さくなり、ラジカル化された状態の水素と酸素のほぼ全部が水分生成反応に寄与することになる。

【0040】加えて、入口側反射体9、フィルタ10及び出口側反射体12から成るガス拡散用部材8を反応炉本体内に設けることにより、白金コーティング皮膜13が反応熱によって局部的に加熱されることが皆無となり、白金コーティング皮膜13のほぼ全域を約500°以下の温度に保持した状態で水分発生を行なうことができ、約99.5%を越える高い水分発生反応率と高応答性の下に、安全にしかも継続して1000sccm以上の量の水発生を行えることが実証されている。

【0041】

【実施例】図1の反応炉本体1に於いて、炉本体部材2、3の外形寸法を直径134mmφ、厚さ33.4mmのSUS316L製とし、且つ窪部2a、3aの最大径を108mm及びその彎曲面を曲率半径R=108mmの彎曲面とした(炉本体部材3の内容積V=196.9cm³、触媒面の表面積S=139.0cm²)。また、フィルタ10として、ステンレス製メッシュを複数枚積層した平均2.0μmの透孔を有するフィルタ(厚さ約1.7mm)を使用した。更に、入口側反射体9として、ケース体9aの外径が22mmφ、高さが5mmのものを、また、出口側反射体12として、外形55mm

mφのステンレス鋼板(反射板表面積/触媒表面積=17.4%)を用い、間隙Gを1.0mmに設定した。一方、白金コーティング皮膜13としては、炉本体部材3の内壁面にTiN製のバリヤー皮膜(厚さ約2μm、イオンプレーティング法)13aを形成し、その上に厚さ約1μmの白金皮膜(真空蒸着法)13bを形成したものを使用した。

【0042】上記水分発生用反応炉を用いて、ガス供給通路4aから①H₂ 1000sccm+O₂ 500sccm、②H₂ 1000sccm+O₂ 750sccm、③H₂ 1000sccm+O₂ 1000sccm、④H₂ 1500sccm+O₂ 500sccm、⑤H₂ 2000sccm+O₂ 500sccmの原料ガスを供給し、水分ガス出口通路3cから流出する水分を実測することにより、水分発生反応率を求めた。その結果、前記①乃至⑤の何れのケースにあっても、約10時間に亘る連続水分発生試験に於いて、99.5%以上の水分発生反応率が得られ且つ出口側反射体12の温度は500℃以下に保持されていた。尚、水分発生反応率の試験結果は、図6の曲線Aで示されている。

【0043】

【実施例2】図3の反応炉本体1に於いて、炉本体部材2、3の外形寸法を直径114mmφ、厚さ15.5mmのSUS316L製とし、且つ窪部2a、3aの深さ4mmとした(炉本体部材3の内容積V=42.8cm³、触媒面の表面積S=98.3cm²)。また、入口側反射体9及び出口側反射体12として、外径50mmφ、厚さ2mm、支持片高さ1mmのステンレス鋼板(SUS316L)(反射板表面積/触媒表面積=20%)を用い、炉本体部材2、3の内壁面との間隙Gを1.0mmとした。尚、フィルタ10及び白金コーティング皮膜13(表面積S=98.3cm²)の構成は、実施例1の場合と同一である。

【0044】上記水分発生用反応炉を用いて、ガス供給通路4aから①H₂ 750sccm+O₂ 375sccm、②H₂ 750sccm+O₂ 562.5sccm、③H₂ 750sccm+O₂ 750sccm、④H₂ 1125sccm+O₂ 375sccm、⑤H₂ 1500sccm+O₂ 375sccmの原料ガスを供給し、水分ガス出口通路5aから流出する水分を実測することにより水分発生反応率を求めた。試験結果は、実施例1の場合とほぼ同一であり、99.5%以上の水分発生反応率が得られ、且つ各部材の温度は何れも500℃以下に保持されていた。尚、水分発生反応率の試験結果は、図6の曲線Bで示されている。

【0045】

【発明の効果】本発明は上述の通り、反応炉本体の内部に入口側反射体とフィルタと出口側反射体を設けると共に、出口側反射体を、炉本体部材との間に間隙Gを保持した状態で炉本体部材へ固定する構成としている。その

結果、水分ガス出口通路内へ流出する未反応ガスがほとんど零となり、酸素リッチの原料ガスの場合は勿論のこと水素リッチの原料ガスの場合でも、99.5%以上の高い水分発生反応率が得られる。また、反応炉本体内の白金コーティング皮膜や出口側反射体が反応熱によって局部的に加熱されることも皆無となり、ほぼ500℃程度の温度下で1000 sccm以上の水分ガスを安定して発生することができる。

【0046】また、請求項7の発明に於いては、ほぼ同一形状の炉本体部材を対向状に組み合わせて反応炉本体を形成する構成としている。その結果、反応炉本体の構造が簡素化され、製造コストの大幅な引下げが可能となる。本発明は上述の通り優れた実用的効用を奏するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1実施態様に係る水分発生用反応炉の縦断面図である。

【図2】出口側反射体の他の例を示す部分縦断面図である。

【図3】本発明の第2実施態様に係る水分発生用反応炉の縦断面図である。

【図4】第2実施態様で使用する入口側及び出口側反射体の平面図である。

【図5】図4の反射体の側面図である。

【図6】本発明の水分発生用反応炉の水分発生反応率の

測定図である。

【図7】先願に係る水分発生用反応炉の縦断面図である。

【図8】図7の水分発生用反応炉の反応時間と水分発生反応率の関係を示す曲線である。

【図9】図7の水分発生用反応炉に於いて、出口側反射体を取り除いた場合の水分発生反応率を示す曲線である。

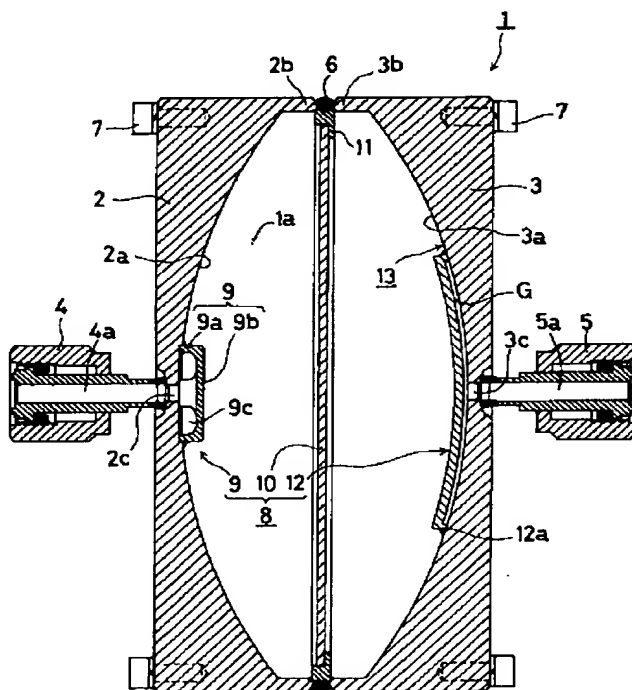
【図10】先願に係る水分発生用反応炉の出口側反射・拡散体の縦断面図である。

【図11】先願に係る水分発生用反応炉の水分発生反応率と出口側反射・拡散体の温度を示す曲線である。

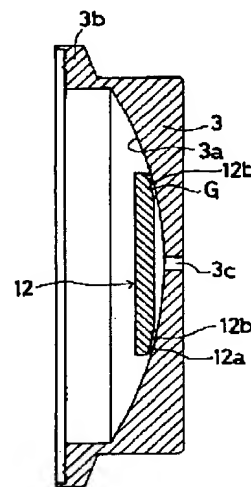
【符号の簡単な説明】

1は反応炉本体、1aは空間部、2は炉本体部材、2aは窪部、2bはフランジ体、2cはガス供給通路、3は炉本体部材、3aは窪部、3bはフランジ体、3cは水分ガス出口通路、4はガス供給用継手、4aはガス供給通路、5は水分ガス導出用継手、5aは水分ガス出口通路、6はフィルタフランジ、7は反応炉取付用ボルト、8はガス拡散部材、9は入口側反射体、9aはケース体、9bは反射板、9cは透孔、10はフィルタ、11a・11bはフィルタ押え、12は出口側反射体、13は白金コーティング皮膜、13aはバリアー皮膜、13bは白金皮膜。

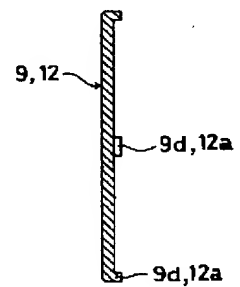
【図1】



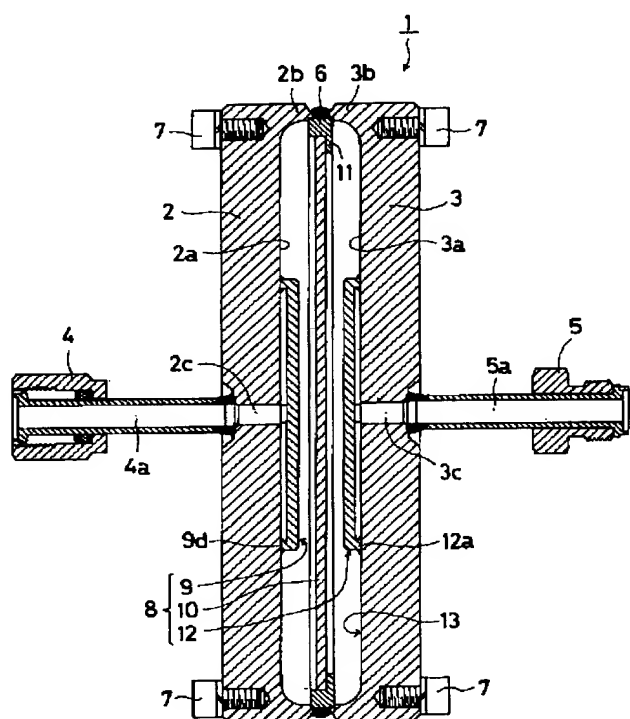
【図2】



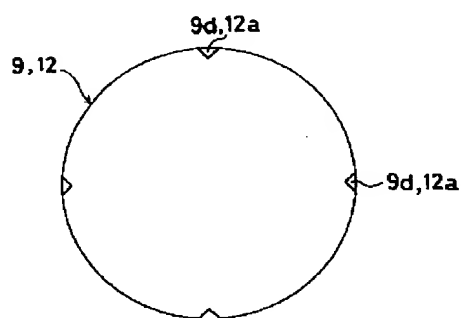
【図5】



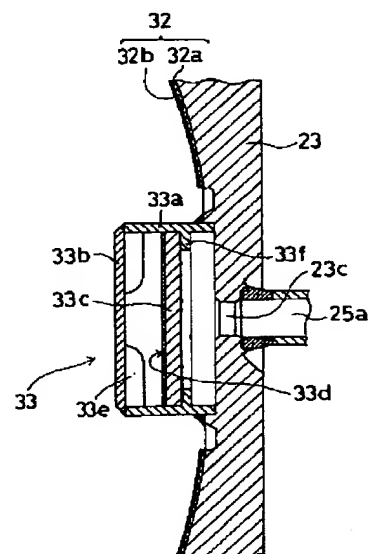
【図3】



【図4】

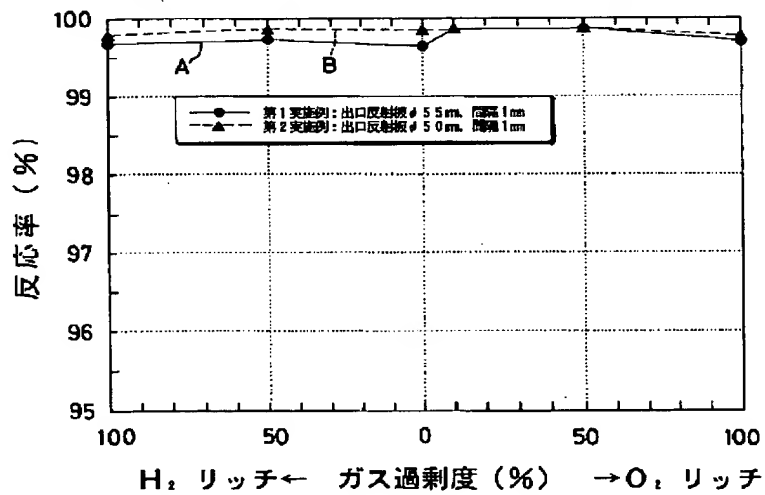


【図10】

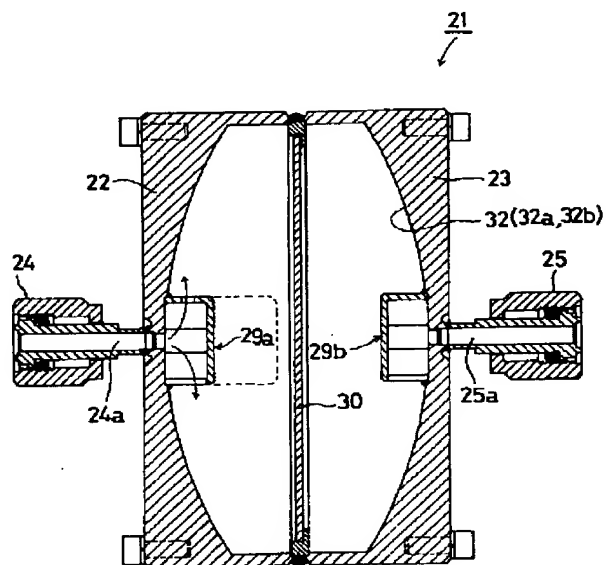


【図6】

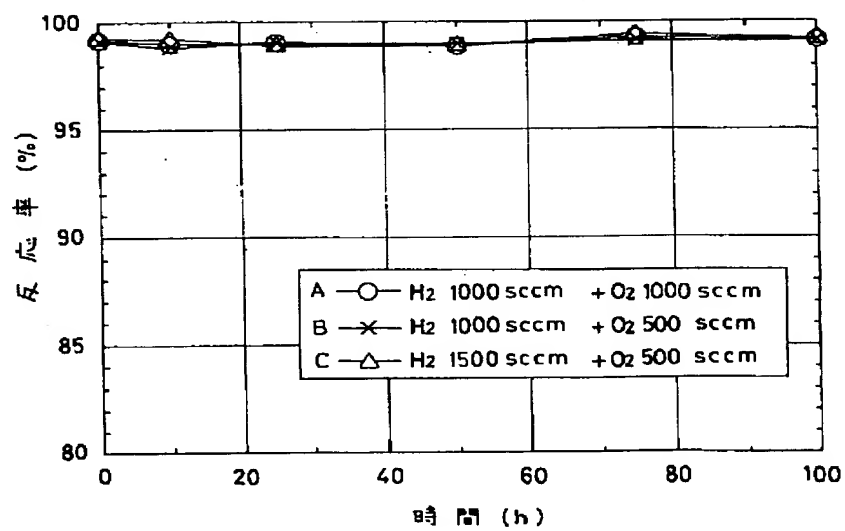
水分発生反応率

第1実施例: $S=139.0\text{cm}^2$, $V=198.8\text{cm}^3$, $\text{H}_2\text{O Gas}$ 1000sccm第2実施例: $S=98.3\text{cm}^2$, $V=42.8\text{cm}^3$, $\text{H}_2\text{O Gas}$ 780sccm

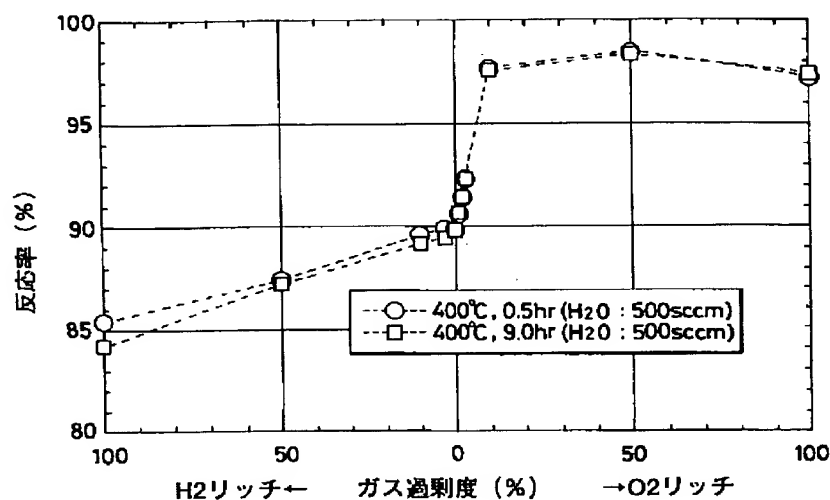
【図7】



【図8】

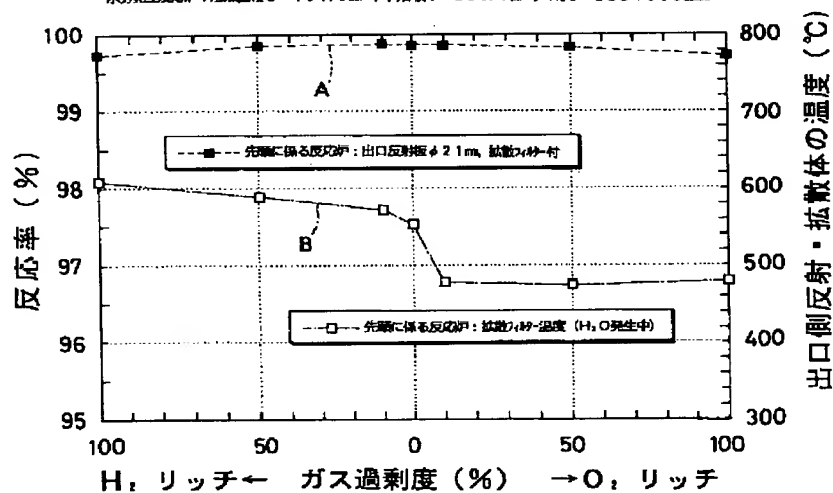


【図9】



【図11】

水分発生反応率及び出口側反射・拡散体の温度

水分発生反応炉：触媒面積S=181.3cm²、内容積V=236.4cm³、H₂O Gas 1000sccm

フロントページの続き

- (72)発明者 大見 忠弘
宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2丁目1番17-301号
- (72)発明者 川田 幸司
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
株式会社フジキン内
- (72)発明者 田辺 義和
埼玉県入間市下谷貫905-8

- (72)発明者 池田 信一
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
株式会社フジキン内
- (72)発明者 森本 明弘
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
株式会社フジキン内
- (72)発明者 皆見 幸男
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
株式会社フジキン内